Standar Nasional Indonesia

SNI 07-1158-1989

Cara uji kimia kadar berilium dalam aluminium dan paduan aluminium

ICS 77.120.10

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

CARA UJI KIMIA KADAR BERILIUM DALAM ALUMINIUM DAN PADUAN ALUMINIUM

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji kimia kadar berilium dalam aluminium.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 1465 – 85. *Cara pengambilan Contoh Uji Logam Tuangan Bukan Besi dan Paduannya Untuk Uji Komposisi Kimia.*

3. CARA UJI

Cara uji dapat dilakukan sesuai dengan salah satu cara :

3.1. Metoda Fluorometri dengan Morin
Batas konsentrasi: 1–100 ppm.

3.2. Metoda Fotometri dengan Berilon II
Batas konsentrasi: 10 ppm sampai 0,05%.

3.1.1. Metode fluorometri dengan morin

3.1.1.1. Prinsip

Dalam larutan basa, berilium dan morin membentuk senyawa yang menghasilkan fluorescence kuning hijau panjang gelombang ± 520 nm, jika dieksitasi oleh cahaya panjang gelombang ± 430 nm.

3.1.1.2. Pereaksi

1) Acetil aseton (2,4-pentanadion) teknis.

2) Larutan aluminium sulfat (49 g/l).
Laturkan 4,9 g aluminium sulfat $Al_2(SO_4)_3.18H_2$ dalam 70 ml air, tambah 1 ml $HClO_4$, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml. Encerkan sampai tanda tera dan kocok.

3) Larutan pencuci amonium nitrat (10 g/l)
Larutkan 5 g amonium nitrat (NH_4NO_3) dalam air dan encerkan sampai 500 ml.

4) Larutan baku berilium A (1 ml = 100 μg Be).
Larutkan 1,964 g berilium sulfat ($BeSO_4 . 4H_2O$) dengan air, tambah 10 ml $HClO_4$, pindahkan kedalam labu ukur 1000 ml, encerkan sampai tanda tera dan kocok.

5) Larutan baku berilium B (1 ml = 0,10 μg Be).
Pipet 10 ml larutan berilium A dan pindahkan kedalam labu ukur 100 ml. Tambah 1 ml $HClO_4$, encerkan sampai tanda tera dan kocok.
Pipet 10 ml larutan tersebut dan pindahkan kedalam labu ukur 100 ml, tambah 1 ml $HClO_4$, encerkan sampai tanda tera dan kocok.

6) Kloroform ($CHCl_3$).

7) Asam dietilentriamin penta asetat (DTPA), kristal.
Timbang 100 g DTPA, masukkan kedalam 800 ml air, dan panaskan sampai mendidih.
Tambah 8 sampai 10 g karbon penyerap warna kualitas tinggi dan aduk dengan baik, saring dengan kertas saring kasar.
Pindahkan filtrat yang jernih kedalam gelas kimia 1000 ml dan aduk dengan kuat sehingga menyebabkan pengkristalan kembali seluruh larutan. Dinginkan dalam penangas air.

Saring dengan pengisap yang diberi kertas saring kasar dan gunakan sedikit mungkin air untuk pencucian kemudian keringkan pada 110°C.

8) Larutan dinatrium etilen diamintetra asetat (EDTA) (100 g/l).
Larutkan 100 g EDTA dengan air dan encerkan sampai 1000 ml.

9) Larutan pencuci EDTA.
Tambah 5 ml H_2SO_4 dan 10 ml larutan EDTA kedalam 300 ml air. Tambah 2 tetes larutan indikator fenol merah dan NH_4OH sampai larutan menjadi merah. Dinginkan dan encerkan sampai 500 ml.

10) Larutan morin (0,075 g/l).
Larutan 0,0075 g morin bebas air (3, 5, 7, 2, 4 penta hidroksida flavon) kedalam 40 ml etanol. Pindahkan kedalam labu ukur 100 ml, dengan air encerkan sampai tanda tera dan kocok.

11) Larutan indikator penol merah (1 g/l).
Larutkan 0,1 g penol merah dengan 50 ml metanol dan encerkan dengan 100 ml air.

12) Larutan penyangga piperidin.
Larutkan 15 g kristal DTPA dalam 200 ml air. Tambah 75 ml piperidin yang telah disuling (disaring) dan dingin. Tambah 20 g natrium sulfit bebas air (Na_2SO_3) dan encerkan dengan air sampai 500 ml. Simpan dalam botol polietilen. Larutan ini stabil selama 6 bulan.

13) Kertas natriumiodida — kanji (kertas saring yang dibasahi dengan KI dan kanji).

14) Larutan quinin sulfat (0,1 g/l).
Larutkan 0,1 g quinin sulfat dengan 300 ml air. Tambah 10 ml $HClO_4$ dan encerkan sampai 1000 ml.

15) Larutan natrium hidroksida — natrium per klorat DTPA — trietanol amin (TEA).
Larutkan 60 g natrium hidroksida (NaOH) dan 320 g Natrium per klorat bebas air ($NaClO_4$) dengan 250 ml air.
Saring dengan memakai saringan rangkap kaca serat (fiber glass) 7 cm.
Kemudian tambah 10 ml larutan TEA (20% v/v) kedalam 13,0 g kristal DTPA dan larutan dengan 50 ml air dan kira-kira 20 ml larutan NaOH — $NaClO_4$. Jika telah larut sempurna tambah larutan Na OH—$NaClO_4$ yang tersisa dan encerkan menjadi 500 ml. Simpan dalam botol polietilen.
Asamkan sebagian kecil dari larutan dan uji adanya oksidator dengan kertas kalium iodida-kanji.

Jika menunjukkan adanya oksidator, tambah natrium sulfit (Na_2SO_3) dalam jumlah kecil, sampai oksidator hilang.

16) Larutan natrium hidroksida (40 g/l).
Larutkan 20 g NaOH dengan air dan encerkan menjadi 500 ml. Simpan dalam botol polietilen.

3.1.1.3. Peralatan

Fluorometer.

3.1.1.4. Prosedur

3.1.1.4.1. Larutan Uji

1) Timbang 100 g contoh, dengan ketelitian 1 mg dan pindahkan kedalam gelas kimia 250 ml.
2) Tambah 25 ml air dan 10 ml HCl.
Panaskan larutan jika diperlukan untuk mempercepat pelarutan. Jika pelarutan telah sempurna, didihkan beberapa menit.
3) Tambah 5 ml HNO_3 dan 20 ml $HClO_4$ dan uapkan sampai keluar asap asam $HClO_4$.
Kurangi panas untuk menghindarkan letupan, dan teruskan pengasapan selama 10 menit. Dinginkan pada suhu kamar.
4) Tambah 100 ml air dan panaskan untuk melarutkan garam-garam.
5) Saring dengan menggunakan kertas saring tipe sedang kedalam labu ukur 500 ml.
6) Cuci kertas dan endapan dengan H_2SO_4 (1+4), lanjutkan pencucian beberapa kali dengan air panas. Dinginkan pada suhu kamar, encerkan sampai tanda tera dan kocok.
7) Pindahkan suatu aliquot yang mengandung sejumlah berilium, yang berada pada bagian linier dari kurva kalibrasi, tetapi tidak boleh mengandung lebih dari 70 mg aluminium, kedalam gelas kimia 150 ml.
8) Tambah 10 ml larutan EDTA dan atur isinya kira-kira 40 ml.
9) Tambah 2 tetes larutan indikator penol merah dan NH_4OH sampai larutan berwarna merah.
10) Tambah 5 tetes $HClO_4$, tutup gelas kimia dengan kaca arloji dan didihkan selama 5 menit.
11) Dinginkan pada suhu kamar.
12) Pindahkan larutan kedalam corong pemisah 125 ml.
13) Tambah 10 tetes asetil aseton, tutup, dan kocok.
14) Tambah beberapa tetes NH_4OH sampai larutan berwarna merah dan lebihkan 5 tetes.
15) Tambah 10 ml $CHCl_3$ dan kocok dengan kuat selama 2 menit, biarkan bagian-bagiannya terpisah.
16) Pindahkan lapisan $CHCl_3$ (bagian bawah) kedalam corong pemisah 125 ml yang bersih, dan simpan.
17) Ulangi ekstraksi dari lapisan berair dengan 4 tetes asetil aseton dan 10 ml $CHCl_3$ dan tambah lapisan $CHCl_3$ kedalam larutan diatas (3.1.1.4.1.–16).

18) Tambah 20 ml larutan pencuci EDTA kedalam ekstraksi (sari) cadangan $CHCl_3$, kocok selama 30 detik dan biarkan bagian-bagiannya terpisah.

19) Alirkan lapisan $CHCl_3$ kedalam gelas kimia 100 ml.

20) Tambah 2 tetes astil aseton dan 10 ml $CHCl_3$ kelapisan larutan pencuci EDTA, kocok selam 30 detik dan tambah ekstrak $CHCl_3$.

21) Tambah 3 ml HNO_3 dan 5 ml $HClO_4$.
Tutup gelas kimia dengan kaca arloji dan didihkan. Bila penguapan telah sempurna, naikkan suhu dan biarkan larutan mendidih hingga asap dari $HClO_4$ keluar.

22) Bilas kaca arloji dengan air dan uapkan larutan hingga volume menjadi 0,5 ml.
Jangan memanggang atau membiarkan gelas kimia mengering selama penguapan.

23) Dinginkan, tambah beberapa tetes air, panaskan untuk melarutkan garam-garam dan dinginkan lagi.

24) Pindahkan larutan kedalam labu ukur 25 ml dan usahakan volumenya kira-kira 10 ml.

3.1.1.4.2. Larutan pembanding

Buat penetapan blangko menuruti prosedur yang sama dan menggunakan jumlah preaksi yang sama.

3.1.1.4.3. Pengembangan fluorescence

1) Tambah 1 ml larutan aluminium sulfat $(Al_2(SO_4)_3$, 3 ml larutan $NaOH - NaClO_4 -$ DTPA — TEA, dan 3 tetes larutan quinin sulfat.

2) Tambah beberapa tetes $HClO_4$ sampai larutan fluorescence dibawah cahaya ultra violet dan lebihkan 1 tetes.
Putar isi labu, untuk melarutkan endapan berilium sebagai hidroksida pada dinding labu.

3) Tambah larutan NaOH beberapa tetes sampai fluorescence hilang dan lebihkan 2 tetes. Bilas leher labu dengan air.

4) Tambah 5 ml larutan penyangga piperidin dan kocok.

5) Tambah 1,00 ml larutan morin, encerkan sampai tanda tera dan kocok. Tempatkan labu pada penangas suhu konstan selama 20 menit.

3.1.1.4.4. Fuorometri

1) Atur fluorometer dimana larutan baku berilium larutan uji, dieksitasi oleh cahaya pada panjang gelombang ± 430 nm ;dan fluorescence dideteksi pada panjang gelombang ± 520 nm.

2) Pindahkan jumlah yang sesuai dari larutan pembanding kedalam kuvet dan atur fluorometer pada penyetelan awal.

3) Pertahankan keadaan ini beberapa saat dan catat pembacaan fluorometri dari larutan uji.

3.1.1.5. Pembuatan kurva kalibrasi

1) Larutan kalibrasi
Pipet 0,5, 1,0, 3,0, 5,0, 7,0 dan 9,0 ml larutan berilium B (1 ml = 0,10 μg Be) dan pindahkan masing-masing kedalam 6 labu ukur 25

ml. Prosedur dilanjutkan sesuai dengan 3.1.1.4.3. (pengembangan fluorescence).

2) Larutan pembanding
Pindahkan 5 ml air kedalam labu ukur 25 ml dan prosedur dilanjutkan sesuai dengan 3.1.1.4.3. (pengembangan fluorescence).

3) Pengembangan fluorescence
Pengerjaannya sesuai dengan prosedur 3.1.4.3.

4) Fluorometri
- Atur fluorometer dimana larutan kalibrasi dieksitasi oleh cahaya pada panjang gelombang ± 430 nm dan fluorescence dideteksi pada panjang gelombang ± 520 nm.
- Pindahkan jumlah yang sesuai dari larutan pembanding kedalam kuvet dan atur fluorometer pada penyetelan awal.
- Pertahankan keadaan ini beberapa saat dan catat pembacaan fluorometri dari larutan kalibrasi.

5) Kurva kalibrasi
Buat kurva kalibrasi antara pembacaan fluorometri dari larutan kalibrasi terhadap mg berilium per 25 ml larutan.

3.1.1.6. Perhitungan

Konversikan pembacaan fluorometri dari larutan uji terhadap mikrogram dari larutan berilium dengan menggunakan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar berilium (ppm)} = \frac{A}{B}$$

dimana :

A = Berat berilium yang terdapat dalam 25 ml larutan akhir (µg).
B = Berat contoh yang terdapat dalam 25 ml larutan akhir (g).

3.2.1. Metode fotometri dengan berilon II

3.2.1.1. Prinsip

Contoh dilarutkan dengan asam klorida, atur pH dengan menambah larutan netrium hidroksida, lalu tambahkan larutan berilon II. diukur serapannya pada panjang gelombang ± 620 nm.

3.2.1.2. Pereaksi

1) Asam klorida (1+1) dan (1+10).

2) Larutan natrium hidroksida.
40 g NaOH dilarutkan dalam 500 ml air, lalu simpan dalam botol polietilen.

3) Larutan berilon II
0,1 g berilon II ke gelas kimia dan larutkan dengan 60 ml air. Atur pH larutan pada 12,5 dengan memakai NaOH atau HCl dan volume larutan yang lebih dari 80 ml masukkan kelabu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera.

4) Larutan baku Be

Penyiapan dengan cara berikut ini :

a) Timbang 0,100 g logam Be (kemurnian min 99,9%) lalu masukkan kedalam gelas kimia, larutkan dengan 100 ml asam klorida (1+1).
Pindahkan larutan itu kedalam labu ukur 1000 ml, encerkan dengan air sampai tanda tera, kocok sampai homogen. Pipet 10 ml larutan, masukkan kedalam 1000 ml labu ukur dan encerkan sampai tanda tera 1 ml larutan ini mengandung 1 μg dari berilium.

b) Ambil 1,964 g berilium sulfat ($BeSO_4.4H_2O$), masukkan kedalam gelas kimia, tambahkan air dan 100 ml asam klorida (1+1), larutkan dan pindahkan kedalam labu ukur 1000 ml, encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok.

3.2.1.3. Peralatan

Fotometer

3.2.1.4. Prosedur

1) Timbang 1,0 g contoh dan pindahkan kedalam gelas kimia 200 ml dan tutup dengan gelas arloji. Tambah 25 ml asam klorida (1+1). Sesudah reaksi mereda panaskan untuk menguraikannya, didinginkan pindahkan kedalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok.

2) Pipet sebagian dari contoh kedalam gelas kimia 100 ml, sesuai dengan ketentuan dibawah ini :

Kadar Berilium (%)	Jumlah larutan contoh yang diambil (ml)
< 0,015	10
0,015 lebih dan sampai 0,03	5
0,03 lebih dan sampai 0,05	2

Encerkan dengan air hingga sampai ± 35 ml. Tambah larutan NaOH sehingga pH nya menjadi 12,7, kemudian atur pH nya menjadi 12,5 dengan penambahan HCl (1+10) (catatan 1).

3) Tambahkan 5 ml larutan Berilon II, pindahkan kedalam labu ukur 50 ml.
Encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok.

4) Biarkan selama 15 menit (catatan 2).
Masukkan sebagian larutan berwarna kedalam sel serapan. Ukur serapannya pada panjang gelombang ± 620 nm dengan larutan blanko sebagai pembanding (catatan 3).

3.2.1.5. Pembuatan kurva kalibrasi

Timbang 1,0 g aluminium yang sudah mengandung Be kedalam gelas kimia.
Pengerjaan selanjutnya sesuai dengan 3.2.4. 1). Masukkan masing-masing kedalam 5 buah gelas kimia, kemudian tambah larutan baku Be kedalam masing-masing gelas kimia sebanyak : 0, 4, 8, 12, 16 μg.

Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap kadar Be pada larutan baku.

3.2.1.6. Perhitungan

Hitung kadar berilium dalam contoh berdasarkan rumus berikut :

$$\text{Berilium} = \frac{A}{W \times B} \times 100\ \%$$

dimana :

A = Kadar berilium didalam larutan contoh (g)
B = Perbandingan larutan dari larutan contoh
W = Berat contoh (g).

Catatan :

(1) Contoh yang sesuai untuk pewarnaan adalah pH 12,3 sampai 12,7.

(2) Meski pewarnaan telah selesai, untuk menstabilkan warna dibutuhkan selama 15 menit.
Larutan warna ini stabil selama 120 menit setelah pewarnaan.

(3) Larutan blanko dilaksanakan dengan menggunakan aluminium yang tidak mengandung Be.